

SOMMAIRE

I.	CALIBRATION ANALYSEUR	5
<i>I.1.</i>	<i>Echantillon utilisé et conditions opératoires pour la calibration de l'analyseur</i>	<i>5</i>
<i>I.2.</i>	<i>Contrôle Qualité et calcul de la sensibilité « Base Sensitivity » de l'analyseur avec le Peak viewer</i>	<i>5</i>
II.	ANALYSER CONFIGURATION	6
III.	PROGRAMMES UTILISES	7
<i>III.1.</i>	<i>Configuration des relais</i>	<i>7</i>
<i>III.2.</i>	<i>Méthodes utilisées par l'airmoVOC BTEX en 30 minutes</i>	<i>7</i>
<i>III.3.</i>	<i>Séquences disponibles</i>	<i>11</i>
<i>III.4.</i>	<i>Tables de substances</i>	<i>13</i>
IV.	CHROMATOGRAMMES TESTS	15
<i>IV.1.</i>	<i>Analyse du gaz standard interne</i>	<i>15</i>
<i>IV.2.</i>	<i>Analyse de BTEX (four de perméation externe)</i>	<i>16</i>
<i>IV.3.</i>	<i>Analyse air ambiant extérieur</i>	<i>17</i>
<i>IV.4.</i>	<i>Analyse d'un blanc de piège</i>	<i>18</i>
V.	HISTOGRAMME AVEC LA SEQUENCE REP-30MN.CPT	19
<i>V.1.</i>	<i>42 heures sur le four de perméation interne avec la méthode CALIB30M-mth</i>	<i>19</i>
<i>V.2.</i>	<i>Calculs statistiques sur les concentrations et temps de rétention</i>	<i>20</i>
<i>V.3.</i>	<i>Calculs des précisions à long terme et à court terme</i>	<i>20</i>
<i>V.4.</i>	<i>42 heures avec la méthode AMB-30MN.mth sur l'air ambiant intérieur</i>	<i>21</i>
VI.	LIMITE DE QUANTIFICATION (LOQ)	22
VII.	CRITERES D'ACCEPTABILITES	23
VIII.	COMMENTAIRES RELATIFS A L'ANALYSEUR ET/OU AUX PROGRAMMES	23

ANNEXE : CERTIFICAT TUBE DE BENZENE 20220506-L109

CHROMATO-SUD / Airmotec AG

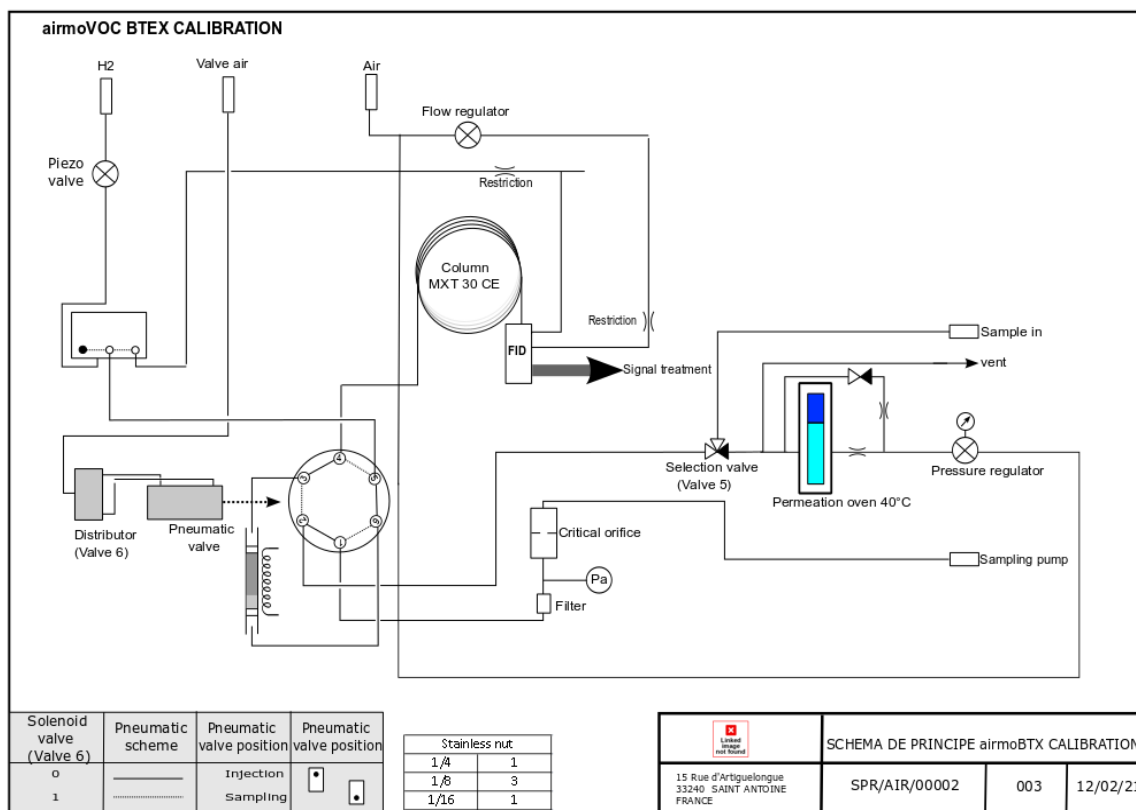
15 Rue d'Artiguelongue - BP 65
33240 SAINT - ANTOINE - FRANCE
Tel : +33 (0) 5.57.94.06.26
Fax : +33 (0) 5.57.94.06.20
e-mail : chromatotec@chromatotec.com
site web : <http://www.chromatotec.com>

**RAPPORT DE CONTROLE QUALITE****Commande N° : ACH C 22123 du 22 Juin 2022****Société :** Air Pays de la Loire**Client Final :** Air Pays de la Loire**Nom du contact :** M. Arnaud CALVAR**Téléphone :****Fax :****Portable :****Adresse :** 5 rue Edouard Nignon – CS 70709 - 44307 NANTES Cedex 3**E-Mail :** calvar@airpl.org**CARACTERISTIQUES GENERALES DE L'ANALYSEUR****Modèle :** airmoVOC (BTEX) Mcerts - A21022**Alimentation :** 230 VAC**SN :** #27040722**Application :** BTEX, Cyclohexane, Styrène et 1,3-butadiène dans l'air ambiant**Colonne analytique :** MXT 30 CE, film : 1 µm, id : 0.28 mm, longueur : 30 m**SN :** 1650019**Détecteur :** FID**Consigne de température :** 170 °C**Allumage FID :** 1.8V**Version carte ELECTROMETRE :** V3**Gaz vecteur :** Hydrogène (notre générateur)**Orifice critique :** 50 µm**Fritté :** Non**Boucle échantillonnage :** Non**Vanne d'injection :** 6 ports, 1/8"**Pneumatique :** Oui**Electrique :** Non **Relais :** Relay8/Valve 6**Adsorbant PIEGE :** 2 phases C6**Impédance filament :** 4.1 Ω**Chauffage :** 380 °C**U₁₀₋₁ :** 155 mV**Adsorbant Pré-colonne :** Non**Vanne Piezo :** Oui (1 Bar) **calibrée @** 1019 hPa & 23°C**Carte Pk :** Non**VistaCHROM Software :** 1.58**Microprocesseur :** 7.1**Port COM :** COM 1**Autres :****Driver :** MODBUS**Port COM :** COM 2

USER	AIR PAYS DE LOIRE
COMPANY	AIR PAYS DE LOIRE
LICENSE	VC1-0C57-016C-D7

Poids : 19kg**License permanente****OPTIONS :****Superviseur :** MKV Intégré**GCCPU-220602282****Hydroxychrom :** Non**airmoDRY :** Non**airmoPURE :** Non**Pompe :** SN 2.18632274 (-936 hPa) **Débit :** -17.7 ml/min (PC : 996 hPa) **Carte PA calibrée @** 1019 hPa & 23°C (ΔP=23 hPa)**Sélection échantillon :** Oui**Relais utilisé :** Relay 7/Valve 5**Système de calibration interne :** Oui**Tube :** BENZENE SN 20220506-L109**Taux de perméation :** 10.8 ng/min ± 10 % à 40°C**Relais utilisé :** Valve 2**Débit gaz standard :** 47.3 ml/min (permanent)**Débit total de dilution :** 223.4 ml/min (discontinu)**CONDITIONS OPERATOIRES**

GAZ	He (5.5)	H ₂	N ₂ (5.5)	Ar (6.0)	Zéro air			
Pression d'Entrée	-----	4 Bars	-----	-----	4 Bars			
Pression Utilisation	-----	316 hPa à 36°C	-----	-----	FID	Hydroxychrom	Sécheur échantillon	Four à perméation
					3 Bars	---- bars	---- Bars	3 bars
Débit (ml/min)	-----	Gaz vecteur	FID	-----	-----	FID	Hydroxychrom	Sécheur échantillon
		≈ 3	27			180	----	----
								47.3 ou 223.4

SCHEMA PNEUMATIQUE :**SYSTEME DE CALIBRATION INTERNE : OUI**

Pression d'entrée air Zéro : 3 Bars

Température de consigne : 40 °C (± 0.2°C)

Pression sur régulateur du système de calibration interne : ≈ 0.4 Bar

Relais utilisé pour la sélection du four de perméation : Relay 7/Valve 5 de la carte POWER BOARD

Relais utilisé pour la dilution du four de perméation : Valve 2 de la carte POWER BOARD

Tube : BENZENE N° 20220506-L109

Taux de perméation : 10.8 ng/min ± 10 % @ 40 °C

Débit air zéro sur le four à perméation :

- ❖ Permanent flow : 47.3 ml/min (VALVE 2 : OFF - RELAY 7/VALVE 5 : OFF)
- ❖ Total dilution : 223.4 ml/min (VALVE 2 : ON - RELAY 7/VALVE 5 : ON)

Concentration réalisée :

$$\text{Concentration en } \mu\text{g}/\text{m}^3 = \frac{\text{Taux de perméation en ng/min}}{\text{Débit total de dilution en l/min}}$$

- (Concentration en $\mu\text{g}/\text{m}^3 \times 24.04$) / Masse molaire = Concentration en ppb (avec volume molaire de 24.04 l à 20°C)

Débit de dilution en ml/min :

223.4

47.3

Température four de perméation	Caracteristiques four à perméation	BENZENE 20220506-L109	BENZENE 20220506-L109
40°C	Taux de perméation en ng/min	10.80	10.80
	Précision en %	10	10
	Précision en ng/min	1.1	1.1
	Concentration en $\mu\text{g}/\text{m}^3$	48.4	228.3
	Précision en $\mu\text{g}/\text{m}^3$	483.55	2283.3
	Concentration en ppb(v) @ 20°C	14.88	70.27
	Précision en ppb(v)	148.82	702.73

TECHNICIENNE CONTROLE QUALITE
Carine GENESTE

RESPONSABLE SERVICE ANALYTIQUE
Michel ROBERT
P.O. : Agnès GABARD

I. Calibration analyseur

$$\text{Base Sensitivity} = \frac{\text{Surface du composé référence}}{\text{Masse de composé référence}}$$

I.1. Echantillon utilisé et conditions opératoires pour la calibration de l'analyseur

Four de perméation interne contenant :

- BENZENE : 14.88 ppb ($\pm 10\%$) ou $48.35 \mu\text{g}/\text{m}^3$ à 20°C (Volume molaire 24.04 l)

Température gaz standard : 40°C – Température ambiante 23°C . Débit total du gaz standard : $223.4 \text{ ml}/\text{min}$.

Méthode échantillonnage : CALIB30M.mth

Durée échantillonnage : 600 secondes. Thermo-désorption à 380°C pendant 240 secondes.

Amplification de la carte ELECTROMETRE : HAUTE (Amplification 3)

Durée de cycle : 30 minutes – Durée d'acquisition : 1200 secondes

I.2. Contrôle Qualité et calcul de la sensibilité « Base Sensitivity » de l'analyseur avec le Peak viewer

Internal calib BENZENE +/- On recalculated values

Ref. Standard: BENZENE-STD Molar Volume: 24.04 dm³ R. time Offset: 163 s

Reference for zero method: CALIB30M Unit GC: ng

Use: Sampled volume from chromat file

Parameters	BENZENE	BENZENE-S
PEAK AREA	--	--
Minimum (au)	45436	45436
Maximum (au)	45747	45747
Measurement number	6	6
Average (au)	45599	45599
Std. deviation (au)	125.69	125.69
Rel. std. deviation (%)	0.28	0.28
SAMPLING VOLUME	--	--
Minimum (ml)	176.434	176.434
Maximum (ml)	176.893	176.893
Measurement number	6	6
Average (ml)	176.726	176.726
Std. deviation (ml)	0.16	0.16
Rel. std. deviation (%)	0.09	0.09
SAMPLED WEIGHT	--	--
Std. Comp. Concentration (ppm)	0.01	0.01
Comp. Molecular Weight (a.m.u)	78.11	78.11
Sampled mass (ng)	8.544	8.544
Base sensitivity	5336.824	5336.824
Experimental factor	1.000	1.000
RETENTION TIME	--	--
Minimum (s)	464.0	467.3
Maximum (s)	464.0	467.5
Measurement number	6	6
Average (s)	464.0	467.4
Standard deviation (s)	0.000	0.098
Rel. Std. deviation (%)	0.00	0.02

« Base Sensitivity » calculée pour chaque composé reconnu à 20°C .

Le Peak viewer calcule la sensibilité « Base sensitivity » pour chaque composé avec un volume molaire de 24.04 litres (à 20°C). Dans cet exemple, la sensibilité « Base sensitivity » calculée sur le BENZENE est de 5336.824 u.a/ng (Amplification HAUTE de la carte ELECTROMETRE).

Ce facteur est arrondi à 5337 u.a/ng pour avoir une précision de $\pm 1\%$ sur le BENZENE.

Ce facteur 5337 u.a/ng a été introduit dans le fichier de configuration de l'analyseur le 19 Juillet 2022 lorsque l'analyseur était en « STAND BY ».

Ecart type relatif sur la surface : meilleur que 0.3 %

Ecart type sur le temps de rétention : meilleur que 0.1 seconde

Ecart type relative sur le temps de rétention : meilleur que 0.03%

II. Analyser configuration

Le facteur de sensibilité de l'analyseur « **Base sensitivity** » a été calculé avec le viewer pour une **Amplification HAUTE de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3)**. La valeur réelle correspond à un pic de Benzène (composé référence) qui aura une surface de **5337 u.a pour 1 ng**. Cette valeur a été ajustée le 19 Juillet 2022 pour avoir une précision sur la mesure du BENZENE interne meilleure que $\pm 1\%$.

Four de perméation interne contenant :

- BENZENE : 14.88 ppb ($\pm 10\%$) ou 48.35 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 20°C (Volume molaire 24.04 l)

Température gaz standard : **40°C** – Température ambiante **23°C**. Débit total du gaz standard : **223.4 ml/min**.

L'analyseur prélève 17.7 ml/min et le supplément va à l'évent.

L'analyseur fonctionne en **Amplification HAUTE de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3)**, c'est pourquoi le facteur introduit dans la configuration est de : **5337 (u.a/ng)**.

Pour travailler en **Amplification MOYENNE de la carte ELECTROMETRE (Amplification 2)**, ce facteur BS sera divisé par 10 : **5337 / 10 = 533.7 u.a/ng**.

Ces paramètres ne doivent pas être modifiés. Ils sont calculés automatiquement par le logiciel lors du PRESET.

III. Programmes utilisés

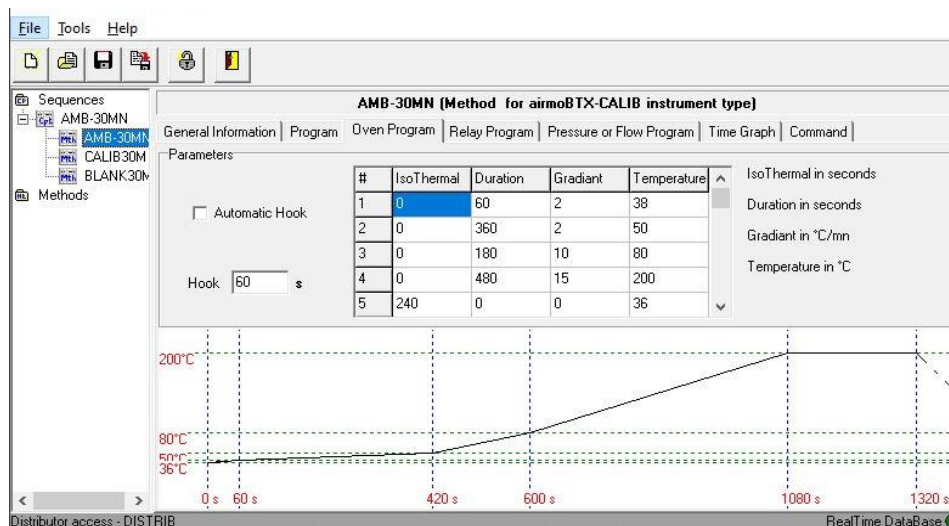
III.1. Configuration des relais

Pour l'airmoVOC (BTX Mcerts) modèle **A21022**, les relais utilisés sont :

- **Relay 8/Valve 6** (CARTE POWER BOARD) : est utilisé pour activer la phase de prélèvement (vanne 2 positions).
- **Relay 7/Valve 5** (CARTE POWER BOARD) : est utilisé pour sélectionner le gaz standard interne comme échantillon à analyser (four à perméation interne).
- **Valve 2** (CARTE POWER BOARD) : est utilisé pour activer la dilution du four de perméation interne.
- **Valve 3** (CARTE POWER BOARD) : est utilisé pour sélectionner un gaz standard externe (en activant une électrovanne externe connectée à l'une de nos bouteilles de standard ou fours de perméation externes). Peut être utilisé durant le Contrôle Qualité.

III.2. Méthodes utilisées par l'airmoVOC BTEX en 30 minutes

➤ Température de la colonne



Aucun programme de pression

- **AMB-30MN.mth** : Echantillonnage d'air ambiant pendant **1080 secondes** avec l'Amplification **HAUTE** de la carte **ELECTROMETRE (Amplification 3)** – Durée du cycle : **30 minutes**. (Gamme 0-20 ppb)

AMB-30MN (Method for airmoBTX-CALIB instrument type)

General Information | Program | Oven Program | Relay Program | Pressure or Flow Program | Time Graph | Command

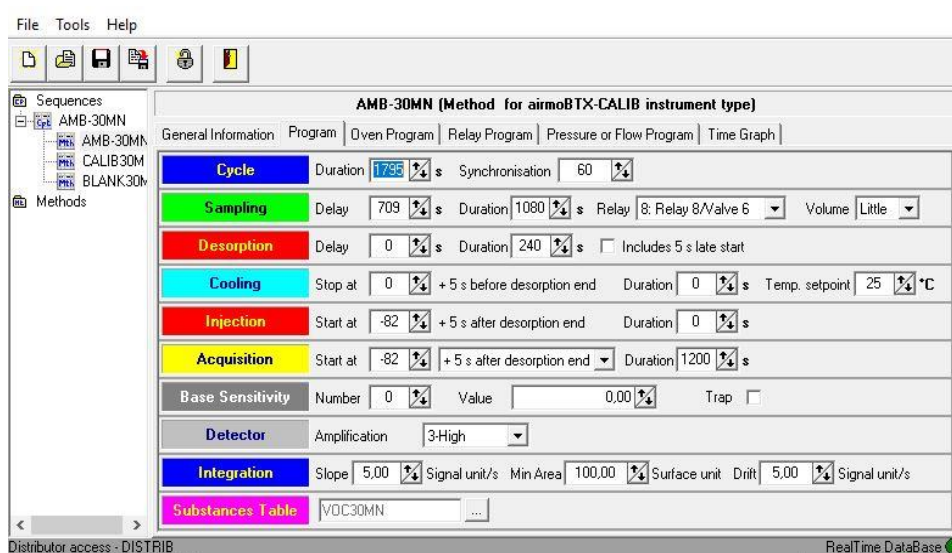
Method Information

Name: AMB-30MN

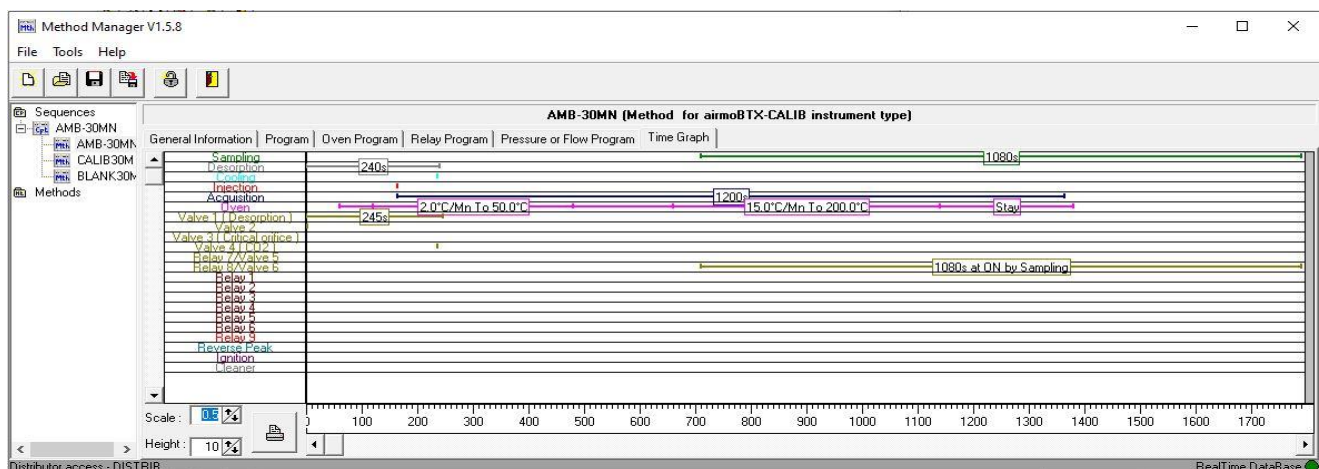
Author: CHROMATO-SUD

Description: Sampling 18 mins-316hPa

This method is written for a: airmoBTX-CALIB

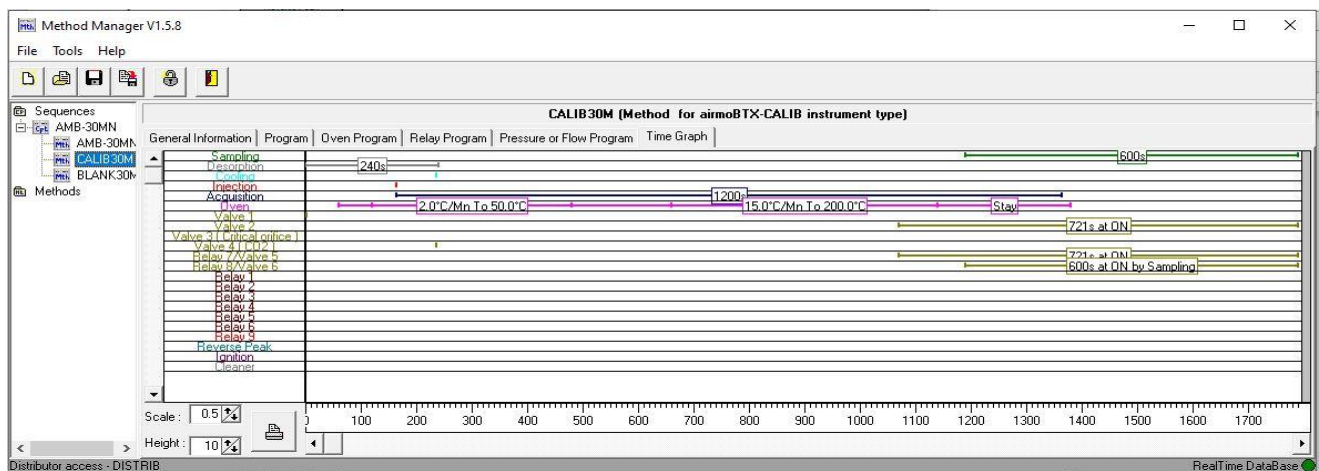


Time graphs :



Signification des relais :

- « Relay 8/Valve 6 » est utilisé pour activer la phase de prélèvement de l'échantillon. Il est activé à **709 secondes pendant 1080 secondes**. Le piège est en ligne avec l'échantillon.
- **CALIB30M.mth** : Méthode de calibration avec le **gaz standard interne**. La durée d'échantillonnage est de **600 secondes**.



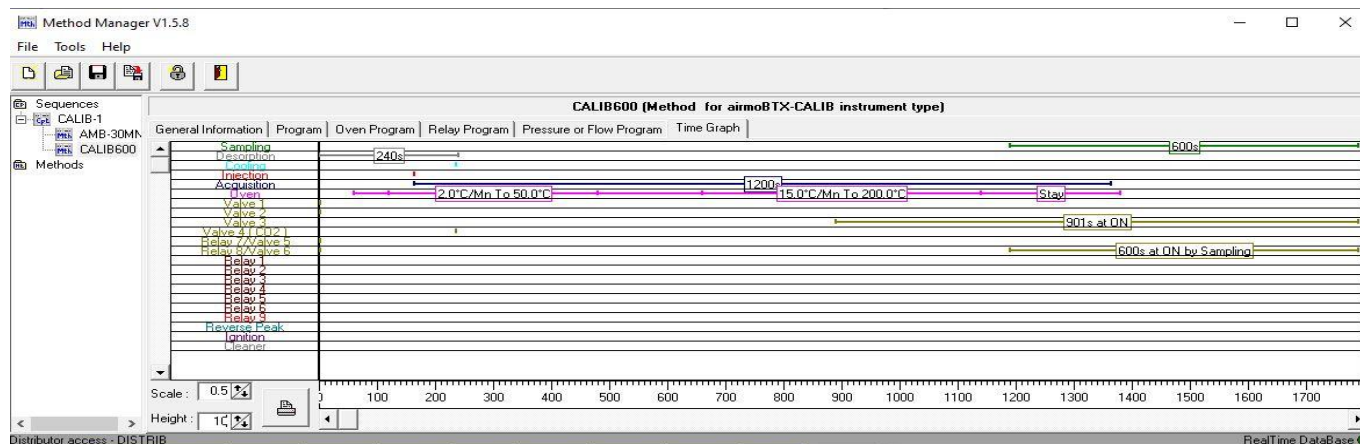
Signification des relais :

- « Relay 8/Valve 6 » est utilisé pour activer la phase de prélèvement. Il est activé à **1189 secondes pendant 600 secondes** (Piège en ligne avec le **gaz standard interne**).
- « Relay 7/Valve 5 » est utilisé pour sélectionner le gaz standard interne comme échantillon. Il est activé à **1069 secondes pendant 721 secondes**.

- « Valve 2 » est utilisé pour activer la dilution du gaz standard interne. Il est activé à **1069 secondes pendant 721 secondes**.

La ligne d'échantillonnage est donc **purgée par le gaz standard interne pendant 2 minutes** avant le début de la phase de prélèvement.

- **CALIB600.mth** : Méthode de calibration avec un **gaz standard externe**. La durée d'échantillonnage est de **600 secondes**.

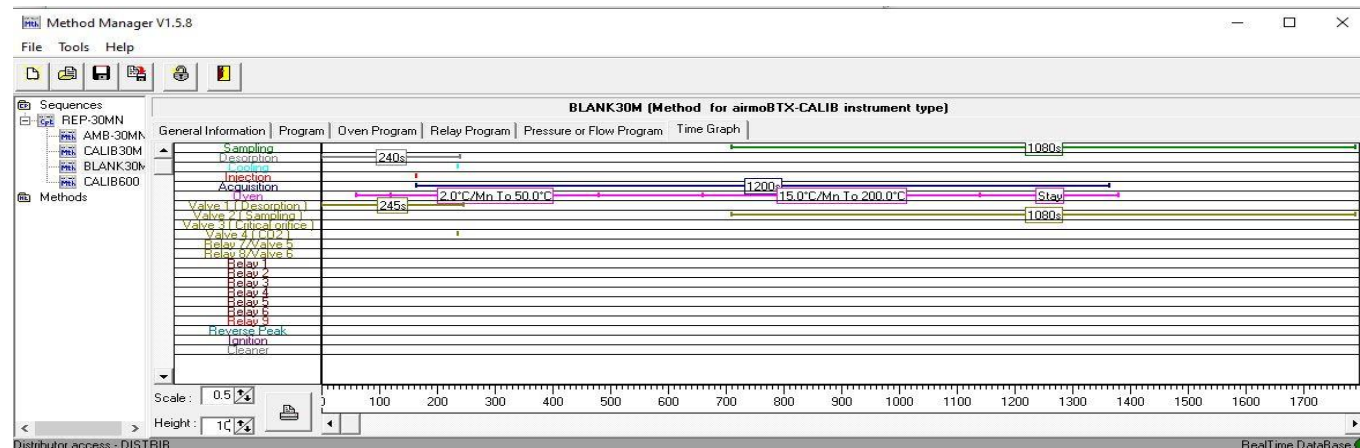


Signification des relais :

- « Relay 8/Valve 6 » est utilisé pour activer la phase de prélèvement. Il est activé à **1189 secondes pendant 600 secondes** (Piège en ligne avec le **gaz standard externe**).
- « Valve 3 » est utilisé pour sélectionner le gaz standard externe comme échantillon. Il est activé à **889 secondes pendant 901 secondes**.

La ligne d'échantillonnage est donc **purgée par le gaz standard externe pendant 5 minutes** avant le début de la phase de prélèvement.

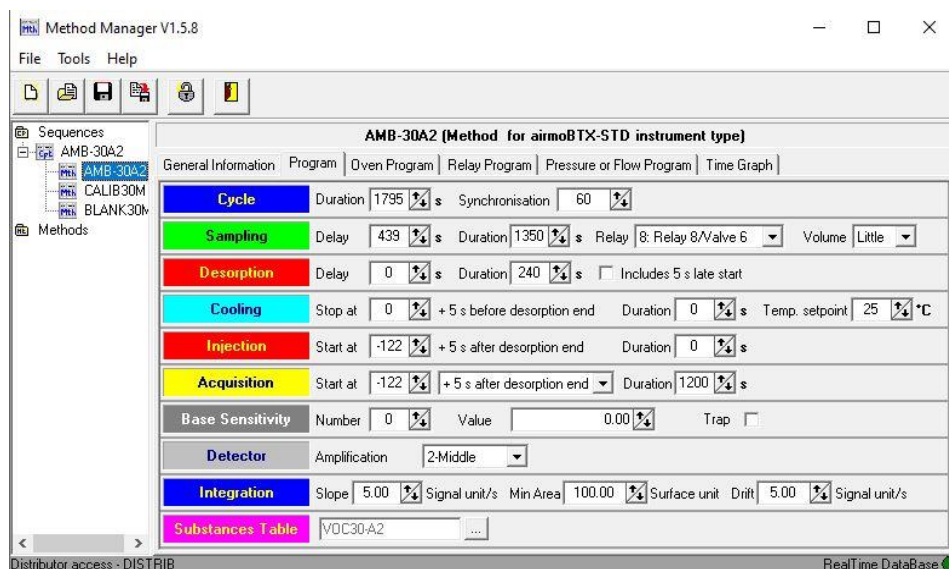
- **BLANK30M.mth** : Méthode de test du blank de piège sans prélèvement.



Remarques :

1. Pour des concentrations élevées

Les méthodes ont été créées pour travailler en 30 minutes avec l'amplification moyenne de la carte ELECTROMETRE (Amplification 2) – (Gamme 0-100ppb(v)).



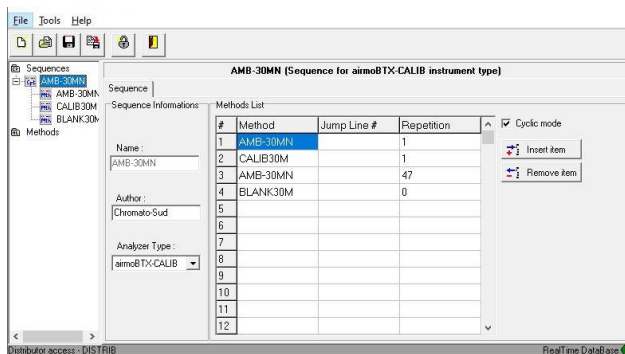
Une table de substances a été créée avec la méthode AMB-30A2.mth. La table de substances est VOC30-A2.stbl.

2. Dans le dossier « Other programs »

Les méthodes et séquences de travail en cycle de 15 minutes ont été créées avec les amplifications haute et moyenne de la carte ELECTROMETRE (analyse sans 1.3-Butadiène).

Les tables de substances correspondantes sont à mettre à jour avant d'être utilisées.

III.3. Séquences disponibles



AMB-30MN.cpt (séquence de routine)

Cette séquence permet d'analyser en continu l'échantillon (concentration < 20 ppb(v) ou < 64.9 µg/m³) avec une calib par jour. Il est possible d'insérer manuellement la méthode « blank ».

Durée des méthodes : **30 minutes**

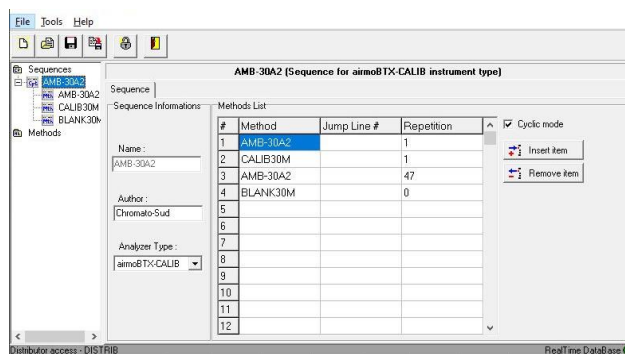
Amplification de la carte ELECTROMETRE :

Haute (Amplification 3) pour toutes les méthodes.

Thermodésorption : **380°C** pendant **240 secondes** avec gaz vecteur.

Durée de l'échantillonnage :

- Analyse échantillon **AMB-30MN.mth** : **1080 secondes**
- Méthode de calibration **CALIB30M.mth** : **600 secondes**
- Méthode de blanc de piège **BLANK30M.mth** : **0 seconde**



AMB-30A2.cpt (séquence de routine)

Cette séquence permet d'analyser en continu l'échantillon (Concentration <100 ppb(v) ou < 325 µg/m³). Il est possible d'insérer manuellement la méthode « blank ».

Durée des méthodes : **30 minutes**

Amplification de la carte ELECTROMETRE :

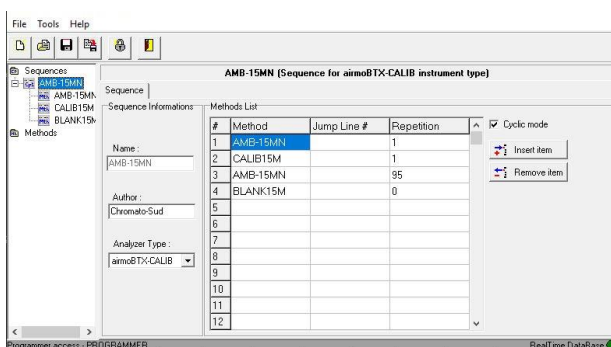
MOYENNE (Amplification 2) pour AMB-30A2.mth

HAUTE (Amplification 3) pour BLANK30M.mth et CALIB30M.mth

Thermodésorption : **380°C** pendant **240 secondes** avec gaz vecteur.

Durée de l'échantillonnage :

- Analyse échantillon **AMB-30MN.mth** : **1080 secondes**
- Méthode de calibration **CALIB30M.mth** : **600 secondes**
- Méthode de blanc de piège **BLANK30M.mth** : **0 seconde**



AMB-15MN.cpt (dans dossier Other programs)

Cette séquence permet d'analyser en continu l'échantillon sans 1,3-Butadiène (concentration < 20 ppb(v) ou < 64.9 µg/m³) avec une calib par jour. Il est possible d'insérer manuellement la méthode « blank ».

Durée des méthodes : **15 minutes**

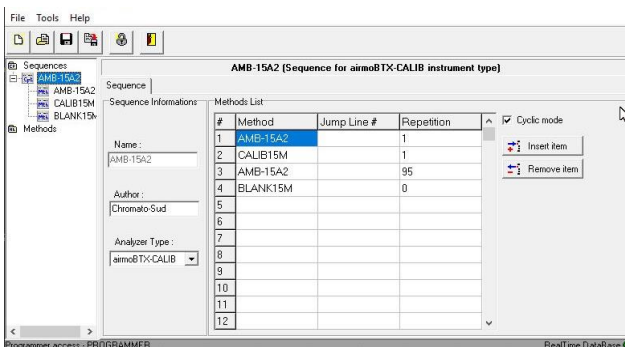
Amplification de la carte ELECTROMETRE :

Haute (Amplification 3) pour toutes les méthodes.

Thermodésorption : **380°C** pendant **180 secondes** avec gaz vecteur.

Durée de l'échantillonnage :

- Analyse échantillon **AMB-15MN.mth** : **600 secondes**
- Méthode de calibration **CALIB15M.mth** : **600 secondes**
- Méthode de blanc de piège **BLANK15M.mth** : **0 seconde**



AMB-15A2.cpt (dans dossier Other programs)

Cette séquence permet d'analyser en continu l'échantillon (Concentration <100 ppb(v) ou < 325 µg/m³). Il est possible d'insérer manuellement la méthode « blank ».

Durée des méthodes : **15 minutes**

Amplification de la carte ELECTROMETRE :

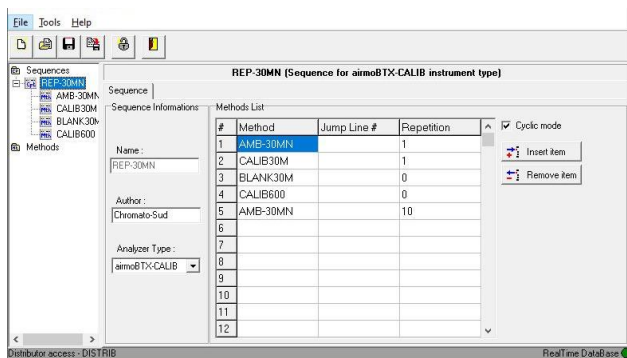
MOYENNE (Amplification 2) pour AMB-15A2.mth

HAUTE (Amplification 3) pour BLANK15M.mth et CALIB15M.mth

Thermodésorption : **380°C** pendant **180 secondes** avec gaz vecteur.

Durée de l'échantillonnage :

- Analyse échantillon **AMB-15MN.mth** : **600 secondes**
- Méthode de calibration **CALIB15M.mth** : **600 secondes**
- Méthode de blanc de piège **BLANK15M.mth** : **0 seconde**



REP-30MN.cpt (Quality Control sequence)

Cette séquence permet d'analyser le standard interne à partir du four de perméation pendant la stabilisation de l'analyseur.

Séquence utilisée pendant le Contrôle Qualité de l'analyseur.
Le résultat est validé 1 fois par jour toutes les 6 heures (ou 4 fois par jour) avec la méthode CALIB30M.MTH.

Séquence non cyclique –

Durée des méthodes : **30 minutes**

Amplification de la carte ELECTROMETRE :

Haute (Amplification 3) pour toutes les méthodes.

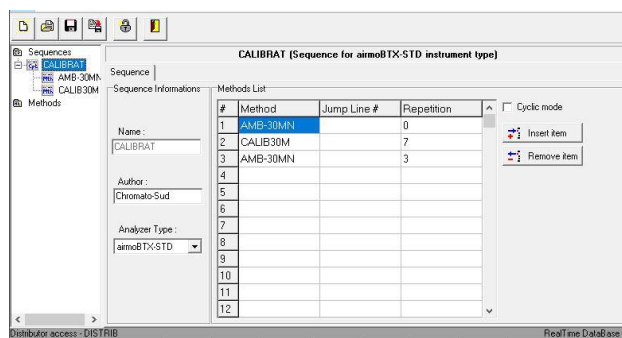
Thermodésorption : **380°C** pendant **240 secondes** avec gaz vecteur.

Durée de l'échantillonnage :

- Analyse échantillon **AMB-30MN.mth** : **1080 secondes**

- Méthode de calibration **CALIB30M.mth** : **600 secondes**

- Méthode de blanc de piège **BLANK30M.mth** : **0 seconde**



CALIBRAT.cpt (Séquence de calibration)

Cette séquence est utilisée pour vérifier la calibration de l'analyseur à partir de gaz standard interne (four à perméation interne) lors du Contrôle Qualité.

Séquence non cyclique

Durée de la séquence : **5 heures.**

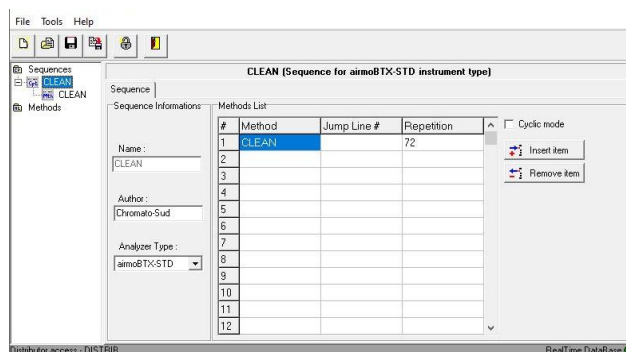
Thermodésorption : **380°C** pendant **240 secondes** avec gaz vecteur.

Durée de l'échantillonnage :

- Analyse échantillon **AMB-30MN.mth** : **1080 secondes**

- Méthode de calibration **CALIB30M.mth** : **600 secondes**

- Méthode de calibration **CALIB30M.mth** : **600 secondes**



CLEAN.cpt

Cette séquence permet de nettoyer le système chromatographique après le remplacement du piège ou de la colonne par exemple.

Séquence non cyclique - Durée de la séquence : **12 heures.**

Méthode CLEAN.mth durée **10 minutes** avec :

Durée échantillonnage : **300 secondes**

Thermo-désorption : **180 secondes à 380°C**

Température colonne : **isotherme à 199°C.**

III.4. Tables de substances

- Pour les méthodes en **30 minutes** avec l'Amplification **HAUTE** de la carte ELECTROMETRE (**Amplification 3**) :

Edit substances table

Substances table information:

Substances table name: Author:

For the analyzer serial number: Analyzer type:

#	Name	RT Min	RT Max	Select Peak	GC Result formula	With X=
1	1-3-BUTADIENE	9	19	Middle	0.93 * X	Area/BS
2	BENZENE	299	309	Middle	X	Area/BS
3	CYCLOHEXANE	321	331	Middle	1.1 * X	Area/BS
4	TOLUENE	574	584	Middle	1.05 * X	Area/BS
5	ETHYLBENZENE	746	756	Middle	1.1 * X	Area/BS
6	M&P-XYLENES	759	769	Middle	1.1 * X	Area/BS
7	STYRENE	784	794	Middle	1.1 * X	Area/BS
8	O-XYLENE	791	801	Middle	1.1 * X	Area/BS

Curve response of detector

Linear

Factor * X

With X = (Area + AreaOfs) / BS

Name	Value
Factor	0.93
AreaOfs	0

VOC30MN.stbl

Cette table de substances est utilisée par les méthodes AMB-30MN.mth et BLANK30M.mth

Les facteurs introduits dans le champ "GC Result formula" sont les facteurs correctifs de chaque composé analyse par rapport au composé de référence (BENZENE) pour une amplification HAUTE de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3).

- Pour les méthodes en **30 minutes** avec l'Amplification **MOYENNE** de la carte ELECTROMETRE (**Amplification 2**) :

Edit substances table

Substances table information:

Substances table name: Author:

For the analyzer serial number: Analyzer type:

#	Name	RT Min	RT Max	Select Peak	GC Result formula	With X=
1	1-3-BUTADIENE	9	19	Middle	9.3 * X	Area/BS
2	BENZENE	299	309	Middle	10 * X	Area/BS
3	CYCLOHEXANE	321	331	Middle	11 * X	Area/BS
4	TOLUENE	574	584	Middle	10.5 * X	Area/BS
5	ETHYLBENZENE	746	756	Middle	11 * X	Area/BS
6	M&P-XYLENES	759	769	Middle	11 * X	Area/BS
7	STYRENE	784	794	Middle	11 * X	Area/BS
8	O-XYLENE	791	801	Middle	11 * X	Area/BS

Curve response of detector

Linear

Factor * X

With X = (Area + AreaOfs) / BS

Name	Value
Factor	9.3
AreaOfs	0

VOC30-A2.stbl

Cette table de substances est utilisée par la méthode AMB-30A2.mth

Les facteurs introduits dans le champ "GC Result formula" sont les facteurs correctifs de chaque composé analyse par rapport au composé de référence (BENZENE) pour une amplification MOYENNE de la carte ELECTROMETRE (Amplification 2).

Ces facteurs sont multipliés par 10 par rapport à la table BTX30MN.stbl car la « BS » de l'analyseur est donnée pour une Amplification HAUTE de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3).

Remarque :

Dans le dossier "Other programs", les tables de substances ont été créées pour travailler avec les méthodes 15 minutes.

La fenêtre de temps de rétention est à ajuster par l'utilisateur.

Edit substances table

Substances table information

Substances table name: CALIB-30 Author: Chromato-Sud

For the analyzer serial number: #27040722 Analyzer type: airmoBTX-CALIB

Substances

#	Name	RT Min	RT Max	Select Peak	GC Result formula	With X=
1	BENZENE-STD	299	309	Middle	X / (0.0483 * [SampleVol])	Area
2	BENZENE	299	309	Sum	X	Area/BS

Curve response of detector

Linear Auto-Calibration

X / Conc.

With X = Area + AreaOfs

Name	Value
Conc.	0.0483
AreaOfs	0
Average point N=	3
Min BS	3500
Max BS	5400

CALIB-30.stbl

Cette table de substances est utilisée par la méthode CALIB30M avec l'amplification haute de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3)

"BENZENE-STD" donne le résultat de la calibration automatique en ppb(v)

Concentration BENZENE STD en mg/m³ utilisée pour l'auto - calibration

La "Base sensitivity" du composé de référence (BENZENE) devra être comprise entre les valeurs Min BS et Max BS.

Min BS: 3500 (a.u/mg.m³). C'est la valeur la plus petite acceptable pour la "BS" avec l'amplification haute de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3).

Max BS: 5400 (a.u/mg.m³). C'est la valeur la plus grande acceptable pour la "BS" avec l'amplification haute de la carte ELECTROMETRE (Amplification 3).

La concentration du composé de référence BENZENE (en mg/m³) devra être mise à jour lors du remplacement du tube à perméation.

IV. Chromatogrammes tests

Gaz vecteur : Hydrogène 316 hPa (environ 3 ml/min)

FID: 170°C

Four : 36°C à 38°C à 2°C/min – 38°C à 50°C à 2°C/min – 50°C à 80°C à 10°C/min – 80°C à 200°C à 15°C/min – Isotherme à 200°C pendant 240 secondes

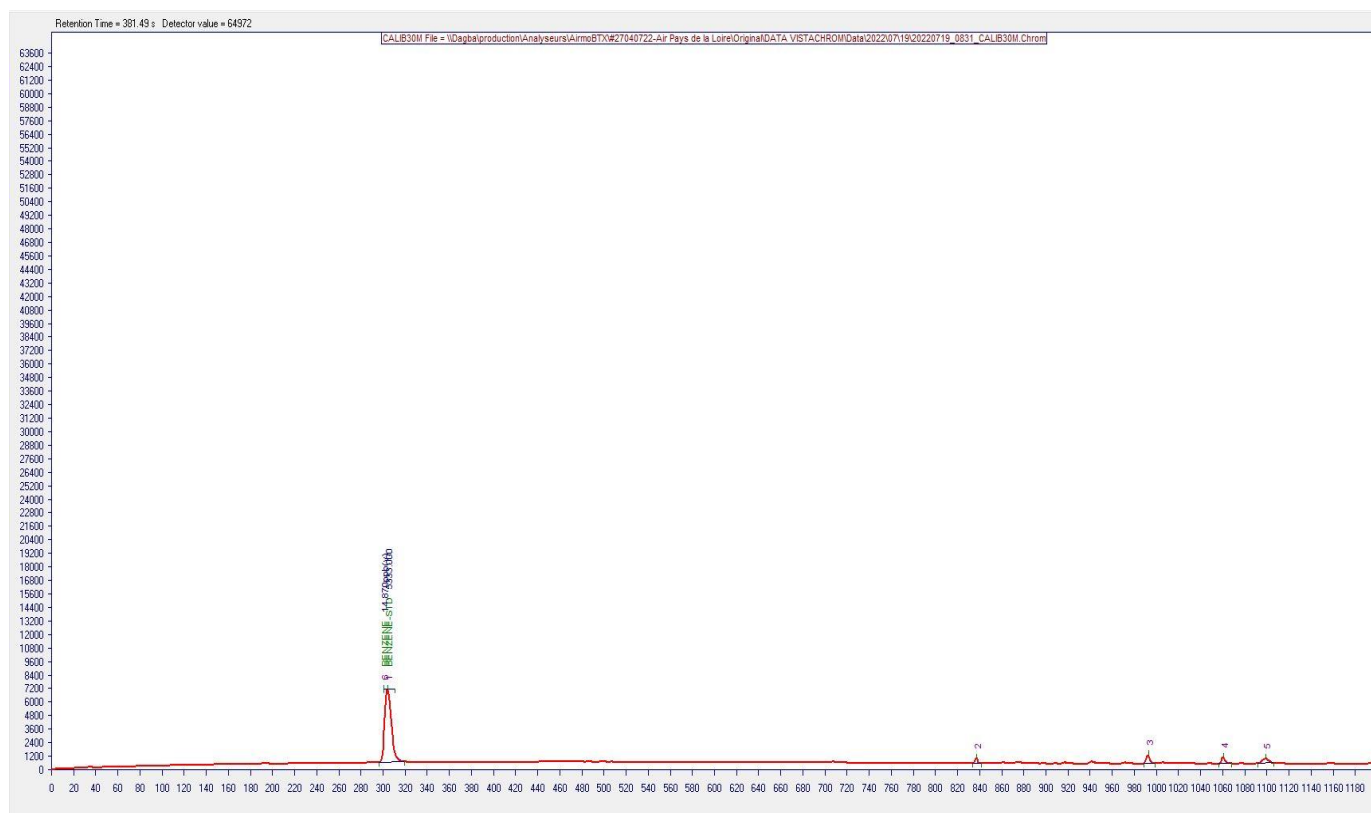
Thermo-désorption : Température = 380°C pendant 240 secondes avec gaz vecteur

Débit échantillonnage : -17.7 ml/min – Température de piégeage : température ambiante

IV.1. Analyse du gaz standard interne

Programme utilisé : CALIB30M.mth

Tube de perméation Benzène (SN 20220506-L109) avec un taux de 10.8 ng/min @ 40°C (±10%)



Information and operating conditions

Analysé :

Serial Number : #27040722

Owner : AIR PAYS DE LOIRE

Location : NANTES

Operating conditions :

Description : Internal cal 10min-322hPa

Method Name : CALIB30M

Substances Table Name : CALIB-30

Sampling :

Duration : 600 s

Volume : 176.715 ml

Date : 19/07/2022 08:31:48

Detector :

Amplification : 3-High

Sample Rate : 15 per second

Sensitivity :

Base Sensitivity : 5337.0

Peak List

Substance	Result	Unit	Start (s)	R.Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	FWHM
BENZENE-STD	5333.120	---	296.07	304.53	7256	319.73	45567.1	ST_E	6.33
BENZENE	14.870	ppb(v)	301.00	301.00	7256	311.00	45567.1	Peaks sum	...

Four de perméation interne :

- BENZENE : 14.88 ppb ou 48.35 µg/m³ (+/- 10%)

Calcul à 20°C (avec volume molaire à 24.04 l)

Température du gaz standard : 40°C.

Débit total de dilution : 223.4 ml/min.

Durée échantillonnage : 600 secondes

Durée d'acquisition : 1200 secondes.

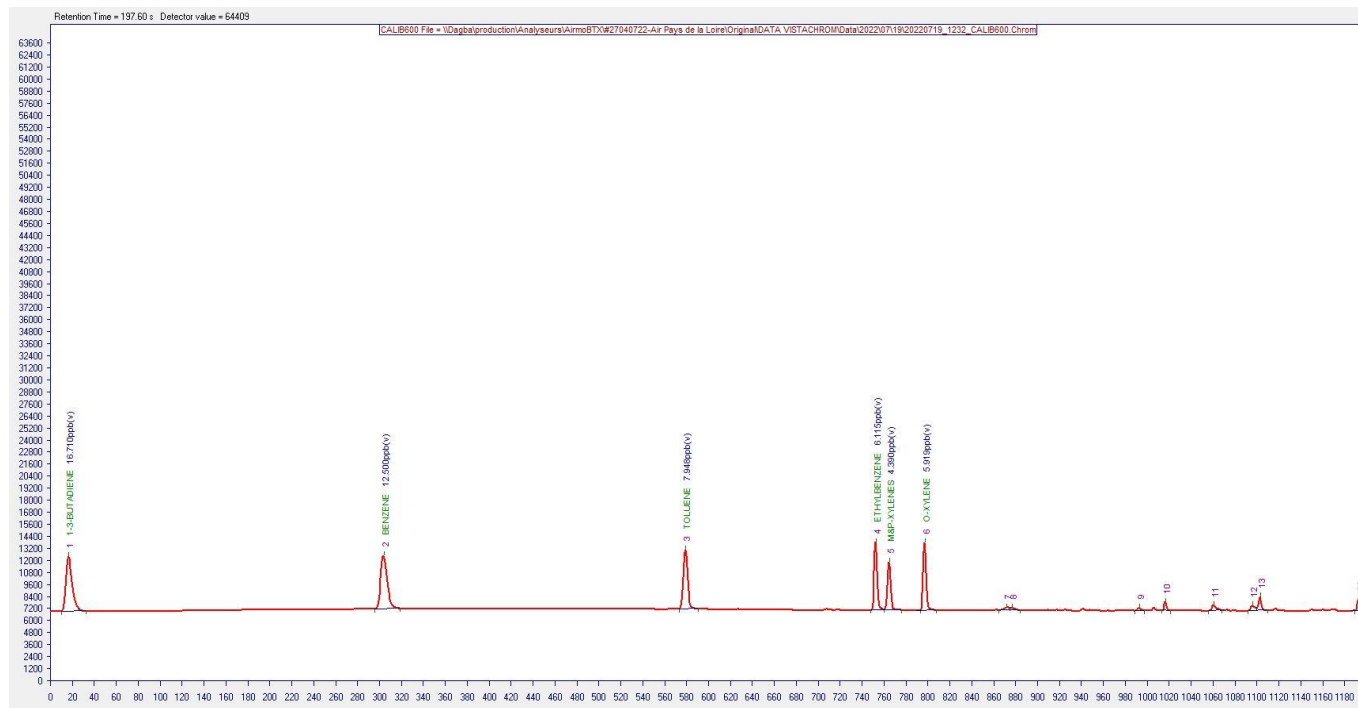
Précision : +0.07% Pour le BENZENE

Chromatogramme retraité avec la « B.S » originale : 5337 u.a/ng et automatiquement identifié avec la table de substances CALIB-30.stbl.

« BS » obtenue lors de la calibration de l'analyseur

IV.2. Analyse de BTEX (four de perméation externe)

Programme utilisé : CALIB600.mth avec amplification haute (amplification 3)



Analyser :

Serial Number : #27040722
 Owner : AIR PAYS DE LOIRE
 Location : NANTES

Operating conditions :

Description : External cal 10min-322hPa
 Method Name : CALIB600 Substances Table Name : VOC30MN

Sampling : Duration : 599 s Volume : 171.854 ml Date : 19/07/2022 12:32:48
Detector : Amplification : 3-High Sample Rate : 15 per second
Sensitivity : Base Sensitivity : 5337.0

Peak List

Substance	Result	Unit	Start (s)	R.Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	FWHM
1,3-BUTADIENE	16.709	ppb(v)	10.07	16.80	12535	32.67	37078.0	ST_E	6.00
BENZENE	12.497	ppb(v)	295.60	304.00	12603	318.67	37243.3	ST_E	6.33
TOLUENE	7.948	ppb(v)	573.07	579.27	13187	590.33	26610.3	ST_E	4.00
ETHYLBENZENE	6.115	ppb(v)	747.80	752.73	13921	760.33	22516.5	ST	2.93
M&P-XYLENES	4.390	ppb(v)	760.33	764.87	11974	776.00	16165.7	E	2.93
O-XYLENE	5.919	ppb(v)	793.00	797.40	13890	807.67	21795.6	E	2.87

Four de perméation externe contenant :

Substances	Concentration in bottle (ppm)	Molecular weight (a.m.u.)
BENZENE	0.0129	78.11
TOLUENE	0.0081	92.14
ETHYLBENZENE	0.00588	106.17
M&P-XYLENES	0.00423	106.17
O-XYLENE	0.00581	106.17
BENZENE-STD	0.0129	78.11

Et le 1,-3-butadiene pour analyse qualitative.

Température du gaz standard : 40°C.

Débit total de dilution : 259.2 ml/min.

Durée échantillonnage : 600 secondes

Durée d'acquisition : 1200 secondes

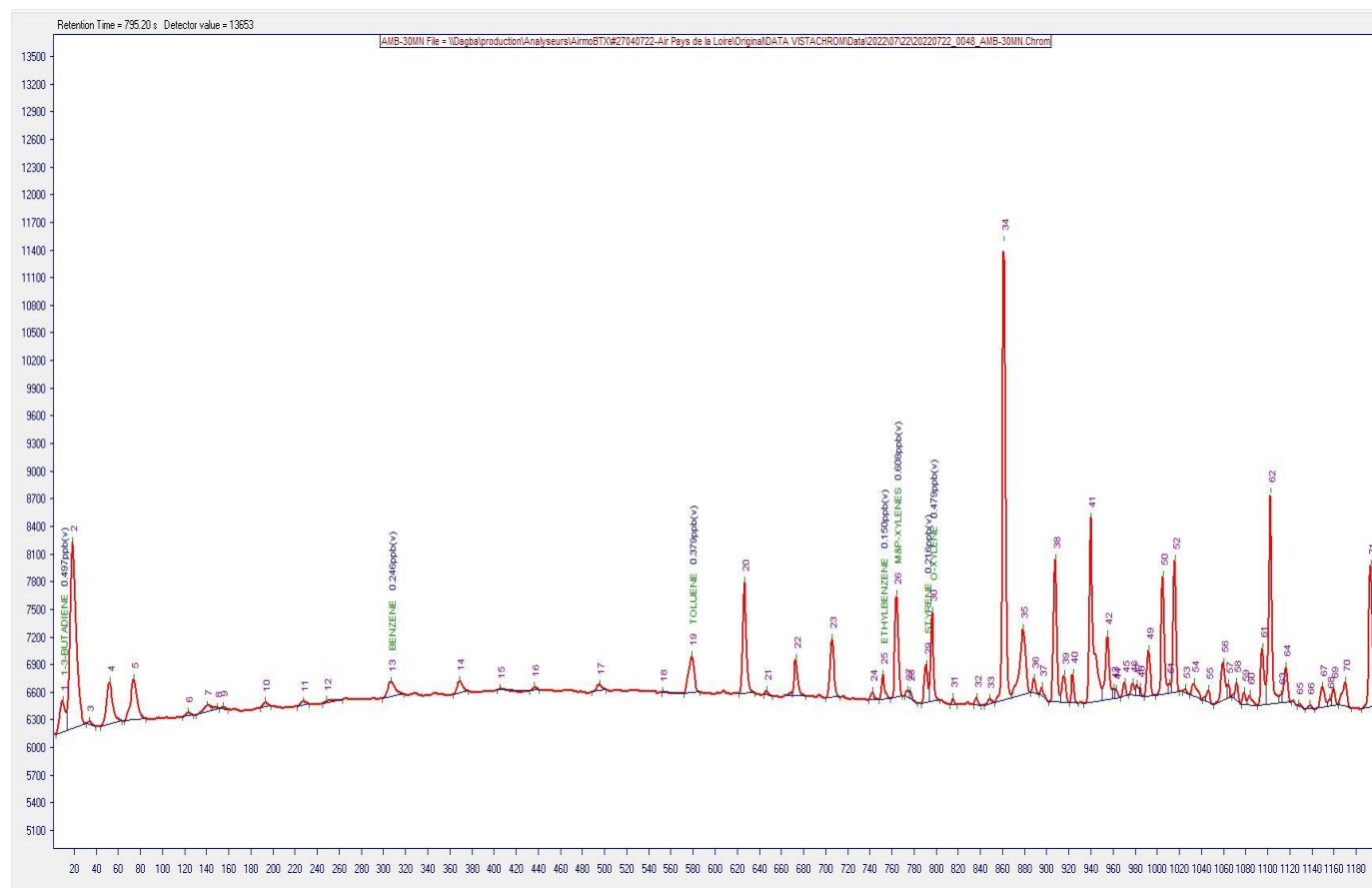
Précision four de perméation externe : ±10% (excepté 1,-3-butadiene)

Chromatogramme retraité avec « BS » originale : 5337 u.a/ng et automatiquement identifié avec la table de substance VOC30MN.stbl.

IV.3. Analyse air ambiant extérieur

Programme utilisé : AMB-30MN.mth avec amplification haute (amplification 3)

Durée échantillonnage : 1080 secondes – Durée de cycle : 30 minutes – Acquisition : 1200 secondes



Information and operating conditions

Analyser :

Serial Number : #27040722

Owner : AIR PAYS DE LOIRE

Location : NANTES

Operating conditions :

Description : Sampling 18 mins-322hPa

Method Name : AMB-30MN

Substances Table Name : VOC30MN

Sampling :

Duration : 1079 s

Volume : 308.65 ml

Date : 22/07/2022 00:48:48

Detector :

Amplification : 3-High

Sample Rate : 15 per second

Sensitivity :

Base Sensitivity : 5337.0

Peak List

Substance	Result	Unit	Start (s)	R.Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	FWHM
1-3-BUTADIENE	0.497	ppb(v)	3.47	9.80	6524	13.40	1979.8	ST	6.47
BENZENE	0.246	ppb(v)	298.93	307.07	6733	318.47	1314.9	ST_E	8.07
TOLUENE	0.379	ppb(v)	572.07	579.27	7008	586.07	2278.2	ST_E	5.47
ETHYLBENZENE	0.150	ppb(v)	748.40	752.13	6808	758.53	994.8	ST_E	3.07
M&P-XYLENES	0.608	ppb(v)	758.53	764.47	7675	769.53	4023.8	ST_E	3.40
STYRENE	0.216	ppb(v)	786.60	791.27	6916	793.60	1404.3	ST	3.33
O-XYLENE	0.479	ppb(v)	793.60	796.60	7490	803.00	3169.7	E	2.60

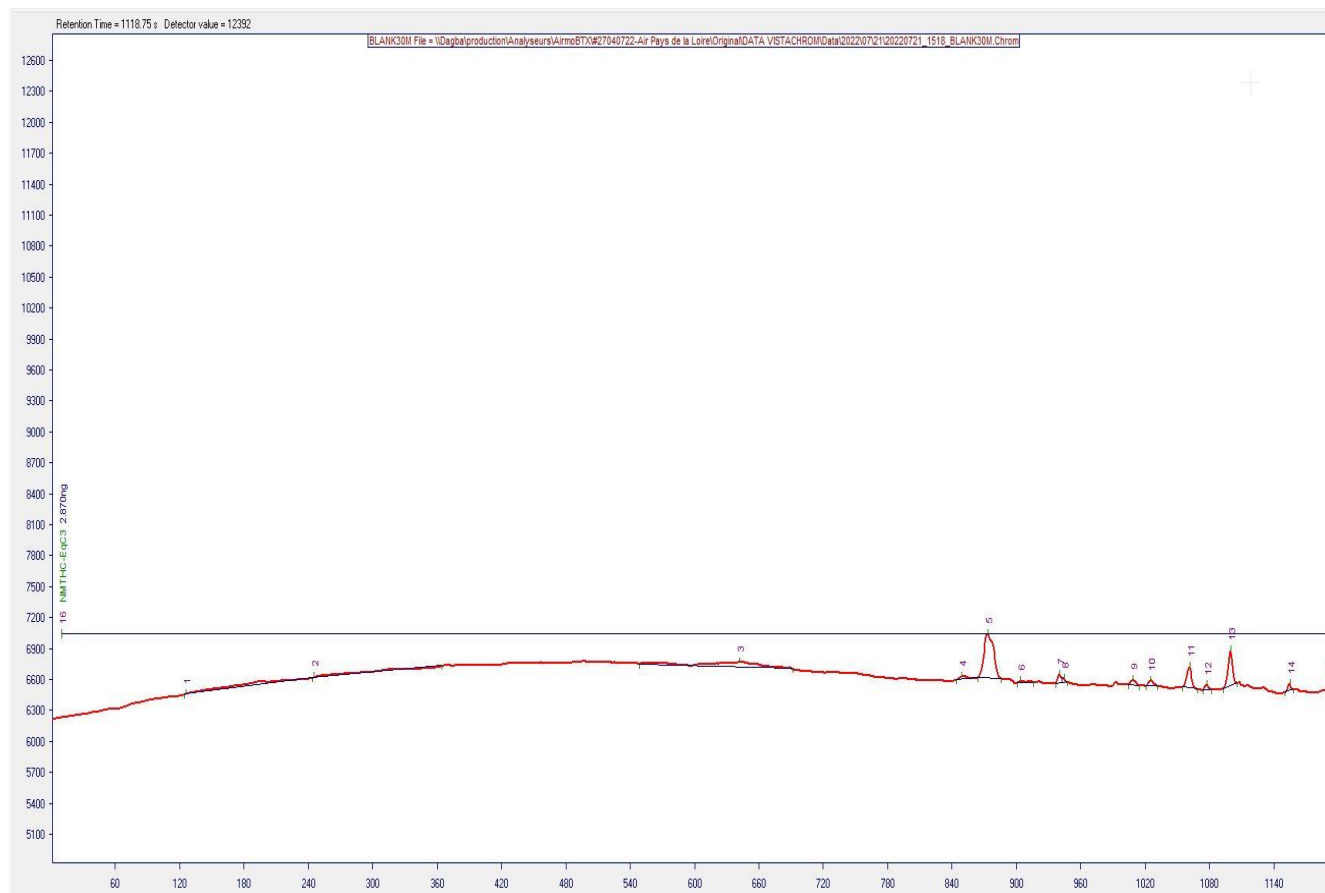
Zoom de l'ordre de 10 % de l'échelle totale.

Chromatogramme retraité avec « BS » originale : 5337 u.a/ng et identifié avec la table de substances VOC30MN.stbl.

IV.4. Analyse d'un blanc de piège

Programme utilisé : BLANK30M.mth avec amplification haute (amplification 3)

Durée échantillonnage : **0 seconde** – Durée de cycle : **30 minutes** – Acquisition : **1200 secondes**



Information and operating conditions

Analyser :

Serial Number : #27040722

Owner : AIR PAYS DE LOIRE

Location : NANTES

Operating conditions :

Description : No sampling- 322hPa

Method Name : BLANK30M

Substances Table Name : VOC30MN

Sampling :

Duration : 1080 s

Volume : 318.221 ml

Date : 21/07/2022 15:18:48

Detector :

Amplification : 3-High

Sample Rate : 15 per second

Sensitivity :

Base Sensitivity : 5337.0

Peak List

Substance	Result	Unit	Start (s)	R. Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	FWHM
NMTHC-EqC3	2.870	ng	10.00	10.00	7059	1199.00	15318.9	Peaks sum	---

Zoom de l'ordre de 10 % de l'échelle totale.

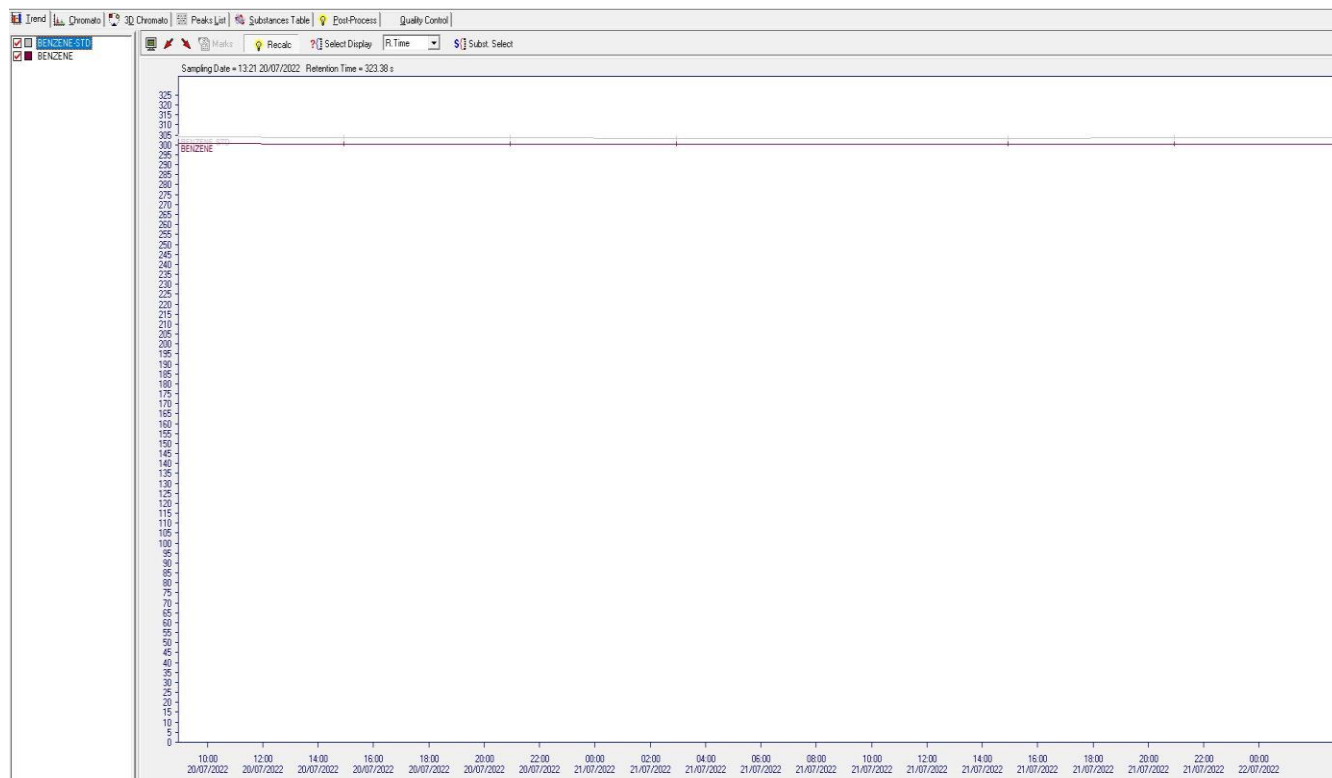
Chromatogramme retraité avec la « BS » originale : 5337 u.a/ng et ré-identifié avec la table de substances RECALC30.stbl.

NMTHC = 2.870 ng ≤ 5ng ce qui correspond au critère de performance.

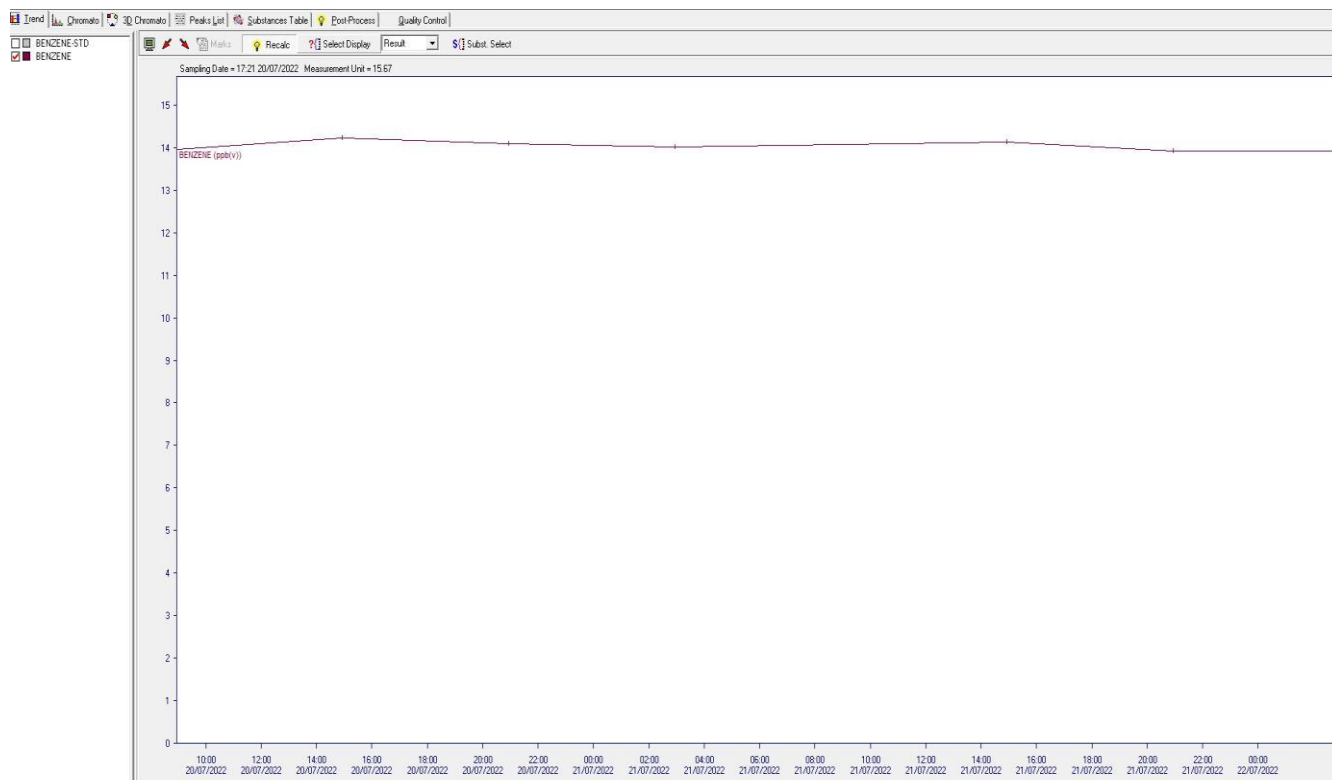
V. Histogramme avec la séquence REP-30MN.cpt

24 heures minimum requis pour l'acceptabilité

V.1. 42 heures sur le four de perméation interne avec la méthode CALIB30M-mth



Histogramme sur les temps de rétention (s)



Histogramme sur les concentrations (ppb)

Chromatogrammes traités automatiquement avec BS originale : 5337 au/ng et identifiés avec la table de substances CALIB-30.stbl.

V.2. Calculs statistiques sur les concentrations et temps de rétention

Sampling date	Volume (ml)	BENZENE-STD	BENZENE (ppb)	BENZENE RT (s)
20/07/2022 08:56	177.92	5196.1	13.96	304.4
20/07/2022 14:56	177.98	5307.5	14.26	304.4
20/07/2022 20:56	178.3	5253.7	14.12	304.13
21/07/2022 02:56	177.57	5225	14.04	304
21/07/2022 14:56	177.24	5267.8	14.16	303.93
21/07/2022 20:56	176.96	5193	13.96	304.13
22/07/2022 02:56	176.7	5191.5	13.95	304.07
Moyenne	177.52	5233.51	14.06	304.15
Ecart-type	0.584	44.602	0.120	0.184
Répétabilité en %	0.33%	0.85%	0.85%	0.06%
Nombre de mesures	7	7	7	7
Période du test	42:00:00			

Concentration :

Répétabilité sur les concentrations $0.85\% \leq 5\%$ sur 24 heures minimum, ce qui correspond au critère de performance.

Temps de Rétention :

Répétabilité sur les Rt $0.06\% \leq 1\%$ (24 heures minimum), ce qui correspond au critère de performance.

Ecart-type sur les Rt $0.184\text{ s} \leq 2\text{ s}$ (24 heures minimum), ce qui correspond au critère de performance.

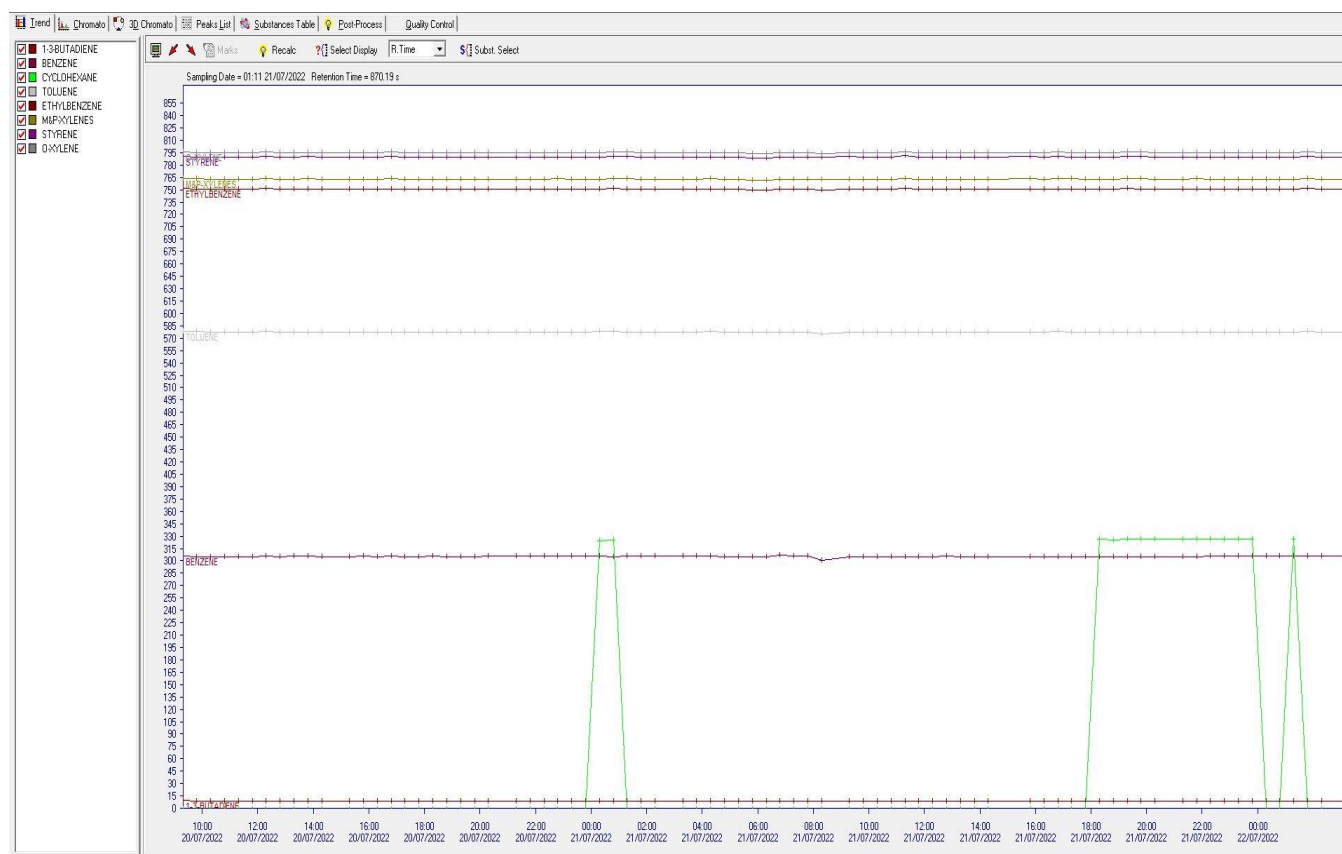
V.3. Calculs des précisions à long terme et à court terme

Le calcul de la précision à court terme se fait à partir des valeurs de l'étalonnage et le résultat ne doit pas dépasser 3%.

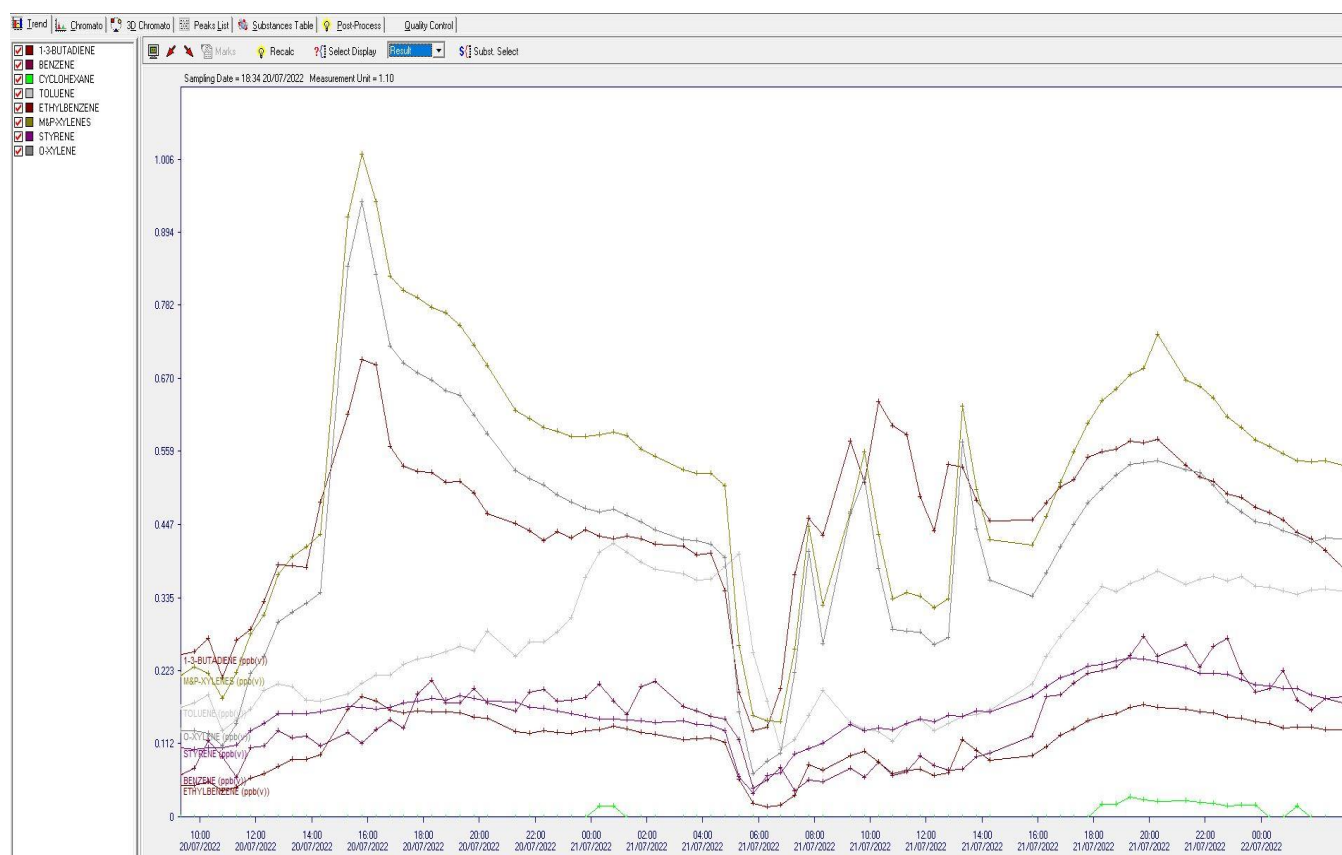
Le calcul de la précision à long terme est effectué à partir de toutes les valeurs de la répétabilité sur le gaz étalon interne et le résultat ne doit pas dépasser 4%.

Formule : $(\Delta \text{ max sur le résultat du STD comparé à la Moyenne des résultats (Conc)}) / (\text{Moyenne des résultats (Conc)}) \times 100$

V.4. 42 heures avec la méthode AMB-30MN.mth sur l'air ambiant intérieur



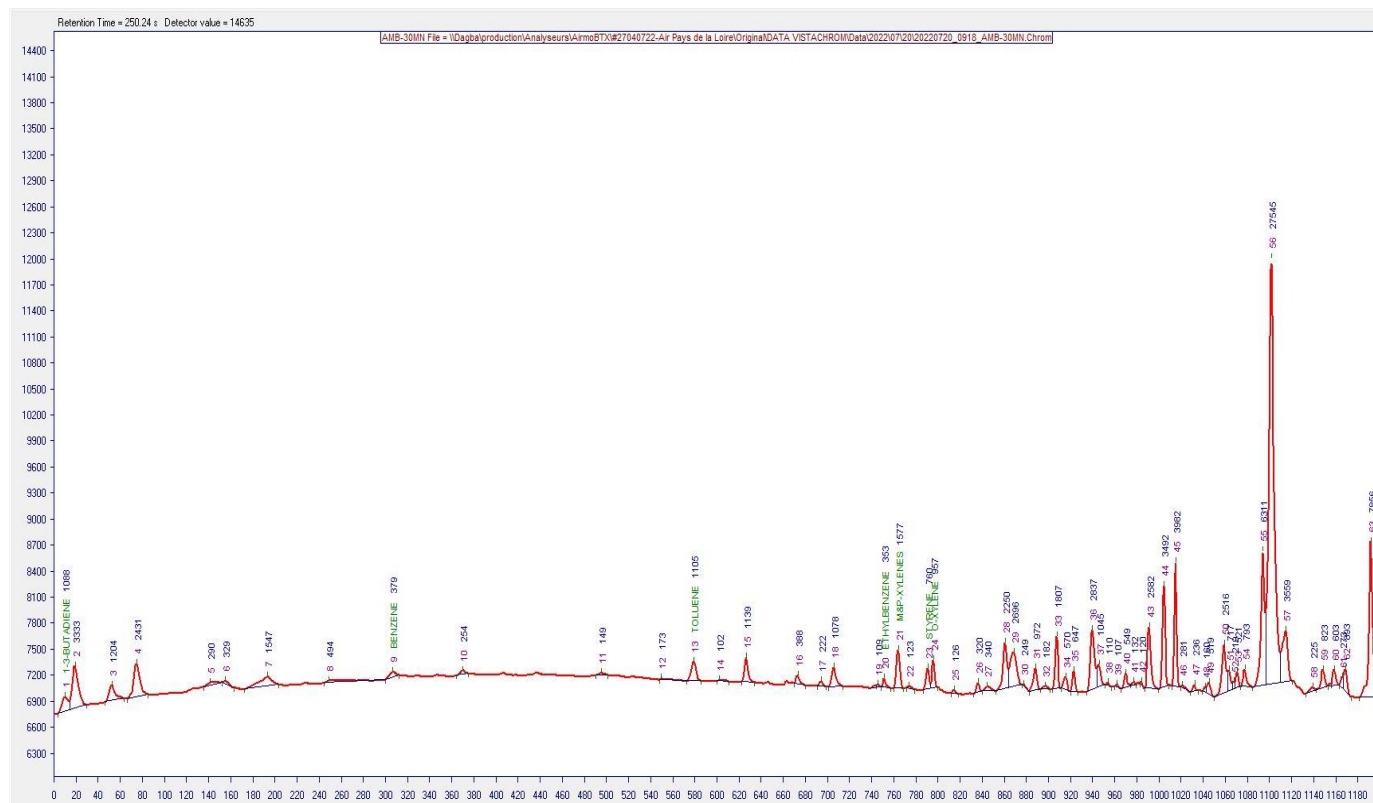
Trend en temps de rétention (s)



Trend en résultats (en ppb)

Chromatogrammes traités automatiquement avec BS originale : 5337 au/ng et identifiés avec la table de substances VOC30MN.stbl.

VI. Limite de Quantification (LOQ)



Information and operating conditions

Analysers :

Serial Number : #27040722

Owner : AIR PAYS DE LOIRE

Location : NANTES

Operating conditions :

Description : Sampling 18 mins-322hPa

Method Name : AMB-30MN

Substances Table Name : VOC30MN

Sampling :

Duration : 1080 s

Volume : 310.876 ml

Date : 20/07/2022 09:18:48

Detector :

Amplification : 3-High

Sample Rate : 15 per second

Sensitivity :

Base Sensitivity : 5337.0

Peak List

Substance	Result	Unit	Start (s)	R. Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	PwHM
1-3-BUTADIENE	270.999	ppt(v)	3.53	10.07	6970	14.13	1087.8	ST	6.93
BENZENE	70.360	ppt(v)	299.87	306.67	7252	312.13	379.3	ST_E	8.73
TOLUENE	182.476	ppt(v)	572.87	579.40	7376	585.73	1105.1	ST_E	4.33
ETHYLBENZEN	52.932	ppt(v)	748.60	751.80	7177	757.53	352.6	ST_E	2.67
M&P-XYLENES	236.705	ppt(v)	760.00	764.20	7505	768.93	1576.8	ST_E	3.33
STYRENE	116.241	ppt(v)	786.53	791.00	7298	793.53	759.6	ST	3.00
O-XYLENE	143.708	ppt(v)	793.53	796.20	7391	799.80	957.3	E	2.47

CONCLUSIONS :

Pour calculer la valeur de la LOQ, un chromatogramme d'air ambiant est imprimé en unité de surface.

La surface minimum dans le programme est de 100 u.a (en dessous de cette valeur, le pic n'est pas reconnu).

Le pic de BENZENE a une surface de 379.3 u.a pour 67.819 ppt – Pour cet analyseur, la limite de quantification sera donc :

$$\frac{100 \times 67.819}{379.3} = 18.55 \text{ ppt (ou } 0.0603 \mu\text{g/m}^3 \text{) (LOQ)}$$

Les conditions opératoires sont :

- Amplification carte ELECTROMETRE : haute (3) – Carte ELECTROMETRE modèle Chromatotec (version 3)
- Cycle : 30 minutes – Durée d'échantillonnage : 1080 secondes (ce qui correspond à un volume échantillonné de 310.876 ml)
- La BS de l'analyseur lors de cette analyse était 5337 a.u. / ng

Le chromatogramme est zoomé à environ 10 % de l'échelle totale.

VII. Critères d'acceptabilités

Paramètres	Valeur mesurée	Valeur acceptable
Base Sensitivity BS	5337	Entre 3500 et 5600 a.u/ng (High amplification 3)
Précision (à court terme) des résultats pour le Benzène standard	0.40%	$\leq 3\%$
Précision (à long terme) des résultats pour le Benzène standard	1.39%	$\leq 4\%$
Précision résultat pour les autres composés (Chromatogramme de standard externe inclus)	4.00%	$\leq 20\%$
Pression en tête de colonne	316 hPa	Entre 310 et 520 hPa (30m)
Temps de rétention du Benzène	304s	AirmoBTX RT min = 250 s < RT < RTmax= 290s (méthode 30MN) NA pour option 1.3-Butadiene
RSD sur les temps de rétention pour tous les composés	0.02%	< 0.5%
SD sur les temps de rétention durant la calibration (6 mesures)	0.098s	< 1 second
Surface minimum	100 a.u	100 a.u
LOQ : Limit de quantification	18.6 ppt(v)	< 25 ppt(v)
RSD sur les surfaces de pics de standards pendant la calibration	0.28%	$\leq 5\%$
Bruit de fond à long terme (300s)	50	< 100 amplitude du signal
Bruit de fond à court terme (20s)	3	< 15 amplitude du signal
Amplification du signal	Amplification 3 (HIGH)	Inclus entre surface minimum et saturation du signal (1, 2 or 3)
Dérive de la BS sur 24h	Pas de dérive sur un FID	< 2%
Répétabilité sur les concentrations des composés standards	0.85%	$\leq 5\%$
Répétabilité sur les RT pour les composés standard	0.184s	< 2s
déviati on sur les RT	0.06%	< 1%
Blanc (NMTHC)	2.870 ng	< 5 ng

a.u = unité de surface (unité signal)

L'analyseur airmoVOC (BTEX) MCerts #27040722 est en conformité avec notre test de contrôle qualité CHROMATOTEC.

Nous vous rappelons qu'il est nécessaire de faire la maintenance préventive sur les analyseurs. Suivre strictement la procédure de démarrage et d'arrêt, comme expliqué dans le document « easy start ».

VIII. Commentaires relatifs à l'analyseur et/ou aux programmes

- Superviseur MKV avec Windows 10 embarqué